

Попович С.Д., Городівська Г.В., Кісіль І.С., Дранчук М.М. Протикорозійний захист нафтогазопромислового обладнання у ВАТ “УКРНАФТА”. :Методи та прилади контролю якості. – 2009, № 22. – С. 101-106. 5. Мельник А.П., Діхтенко К.М. Визначення корозійних показників і ефективності інгібіторного захисту свердловин ГПУ “ХГВ”. – Харків: Звіт УкрНДІгаз. – 2010. – С. 98 – 170. 6. Мельник А.П., Олійник М.В., Крамарев С.О., Дослідження деяких інгібіторів корозії. – Харків:Вестник НТУ „ХПИ”. – 2009. – № 2, Ч.1. – С. 66-70. 7. Завальна І.В., Наливайко Ю.М., Гриценко М.О. Інгібіторний захист системи водопостачання. – Чернігів: ЧДТУ, 2008. – 230 с. 8. Чигиринець О.Е., Воробйова В.І. Визначення протикорозійної ефективності рослинних екстрактів. – Київ: Наукові вісті НТУУ “КПІ”, 2010. – № 6. – С. 152 – 156. 9. Мельник А.П., Марценюк Т.І., Малік С.Г. одержання моно – діацилгліцеринів і моноетаноламідів амідуванням соєвої олії. // Вестник НТУ „ХПИ”. – 2010. – № 44 – С. 92-96. 10. ДСТУ 4534:2006. Олія соєва. Технічні умови. Київ: ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ, 2007. – С. 5-9. 11. Мельник А.П., Сенишин Я.І., Чумак О.П., Папченко В.Ю., Діхтенко К.М. Оцінка захисного ефекту деяких інгібіторів корозії. – Харків: УкрНДІгаз, 2004. – С. 230 – 233. 12. Практикум з хімії та технології повернево-активних похідних вуглеводневої сировини. / Мельник А.П., Чумак О.П., Березка Т.О. – Харків: Курсор, 2004. – 277 с.

Поступила в редакцію 07.05.2012

УДК 661.77; 667.28

С.О. ПЕТРОВ, викл.-стаж., НТУ «ХПІ», Харків,
В.Б.ДІСТАНОВ, канд. хім. наук, доц., НТУ «ХПІ», Харків,
А.Г.БЄЛОБРОВ, канд. техн. наук, проф., НТУ «ХПІ», Харків

ТЕХНОЛОГІЯ ОТРИМАННЯ ЛЮМІНЕСЦЕНТНИХ БАРВНИКІВ НА ОСНОВІ МОНО- ТА БІСОКСАЗОЛОНІВ


У статті надані дані про синтез ряду нових люмінесцентних барвників для поліефірних матеріалів, похідних моно-і бісоксазол-5-ону. Розглянуто стадії процесу отримання проміжних і кінцевих продуктів. На основі експериментальних та теоретичних даних запропонована принципова схема отримання похідних моно-і бісоксазол-5-ону.

В статье предоставлены данные о синтезе ряда новых люминесцентных красителей для полиэфирных материалов, производных моно- и бисоксазол-5-она. Рассмотрены стадии процесса получения промежуточных и конечных продуктов. На основе экспериментальных и теоретических данных предложена принципиальная схема получения производных моно- и бисоксазол-5-она.

In the article the data has been represented about the synthesis of the range representing the new luminescent dyes for polyester materials, the derivatives of mono- and bisoxazol-5-on. The stages of the process to produce intermediate and end products. On the base of experimental and theoretical data the principal scheme to obtain the derivatives of mono- and bisoxazol-5-on has been proposed.

Асортимент флуоресцентних барвників для поліефірних матеріалів дуже обмежений. У зв'язку з цим пошук нових люмінофорів для забарвлення лавсану є дуже актуальним. Для цього застосування може бути використаний порівняно вузький круг барвників, що мають поруч з великою яскравістю і термостійкість, тому що забарвлення ведеться при порівняно високій температурі.

Для вирішення поставленої задачі нами були отримані 14 похідних моно- та бісоксазолонів[1].

Процес 
O=C1OC(=O)c2ccccc12 + N#Cc1ccc(N#C)cc1 >> O=C1OC(=O)c2cc(N#Cc3ccc(N#C)cc3)ccc12

- 1) Синтез проміжних продуктів;
- 2) Синтез кінцевих продуктів.

Chemical reaction scheme showing the synthesis of two isomers of 1-phenyl-2-oxo-2-phenyl-1H-imidazole-5-carboxylic acid from N-benzyloxycarbonyl-L-phenylalanine.

The starting material is N-benzyloxycarbonyl-L-phenylalanine, which reacts with either phthalic anhydride (top) or phthalic acid (bottom) under heat (indicated by a triangle symbol) to form the corresponding isomers of 1-phenyl-2-oxo-2-phenyl-1H-imidazole-5-carboxylic acid.

The top reaction yields the trans isomer, and the bottom reaction yields the cis isomer.

Недотримання умов реакції призводить до протікання реакції альтернативним шляхом та утворення побічних продуктів. Проте в літературних джерелах є достовірні дані про реакцію конденсації α,β -ненасичених кетонів з о-діаминами [4].

The reaction scheme illustrates the synthesis of various 4-phenyl-5-phenyl-4,5-dihydro-1,2,4-oxadiazole derivatives. The central intermediate is a 4-phenyl-5-phenyl-4,5-dihydro-1,2,4-oxadiazole derivative, which reacts with different aromatic groups to form the final products. The products are shown in two rows, with arrows indicating the reaction pathways from the central intermediate.

The products shown are:

- Top left: 4-phenyl-5-phenyl-4,5-dihydro-1,2,4-oxadiazole derivative with a phenyl group at the 2-position.
- Top right: 4-phenyl-5-phenyl-4,5-dihydro-1,2,4-oxadiazole derivative with a phenyl group at the 2-position and a phenyl group at the 3-position.
- Bottom left: 4-phenyl-5-phenyl-4,5-dihydro-1,2,4-oxadiazole derivative with a phenyl group at the 2-position and a phenyl group at the 3-position.
- Bottom middle-left: 4-phenyl-5-phenyl-4,5-dihydro-1,2,4-oxadiazole derivative with a phenyl group at the 2-position and a phenyl group at the 3-position.
- Bottom middle-right: 4-phenyl-5-phenyl-4,5-dihydro-1,2,4-oxadiazole derivative with a phenyl group at the 2-position and a phenyl group at the 3-position.
- Bottom right: 4-phenyl-5-phenyl-4,5-dihydro-1,2,4-oxadiazole derivative with a phenyl group at the 2-position and a phenyl group at the 3-position.

139

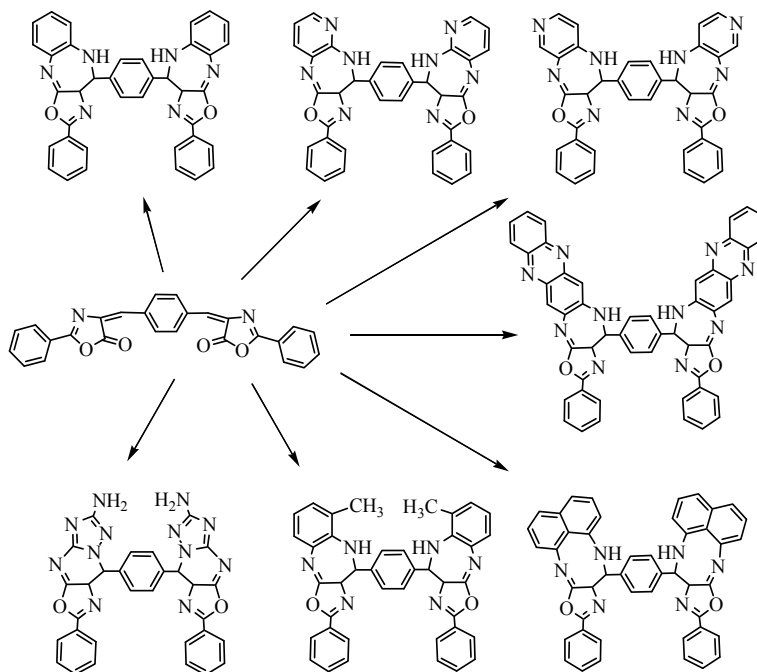


Рис. 3. Синтез похідних бісоксазол-5-ону

Виходячи з ймовірних застосувань отриманих сполук та відповідно обсягів виробництва необхідних для задовільнення попиту, нами було обрано періодичний метод виробництва. Розглянемо основні стадії нашого процесу.

Для синтезу проміжних продуктів характерні наступні стадії:

- 1) Конденсація гіпурової кислоти з відповідним альдегідом в оцтовому ангідриді в присутності натрію оцтовокислого;
- 2) Фільтрування та промивання спиртом осаду, що випав;
- 3) Перекристалізація продукту з оцтової кислоти, фільтрування;
- 4) Сушка.

Синтез кінцевих продуктів включає такі стадії:

- 1) Конденсація проміжних продуктів із відповідними о-діамінами в диметилформаміді;
- 2) Фільтрування та промивання спиртом осаду, що випав;
- 3) Перекристалізація отриманого продукту з діхлоретану, фільтрування;
- 4) Сушка.

На основі цих даних розроблена блок-схема виробництва (Рис.4):

На основі блок-схеми була спроектована принципова схема отримання люмінесцентних барвників, похідних оксазол-5-ону (Рис. 5).

До реактору (1-1) устаткованого сорочкою для підігріву парою та охолодження водою, якірною мішалкою та конденсатором (6-1) завантажують оцтовий

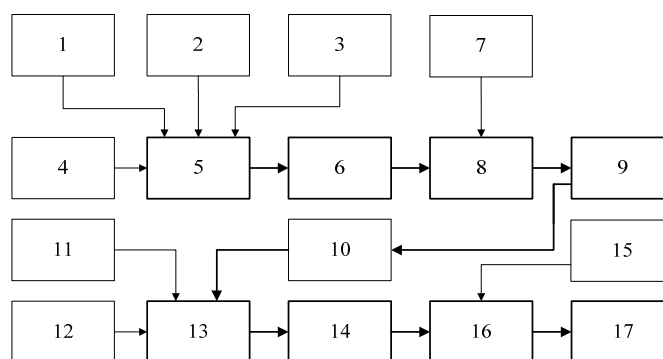


Рис. 4. Блок-схема отримання похідних моно- та бісоксазол-5-ону:

1 – завантаження гіпурової кислоти; 2 – завантаження

ангідрид (5-1) та натрій оцтовокислий. При включеній мішалці до суміші додають гіпурову кислоту та відповідний альдегід. Отриману суміш нагрівають до 95 °С та витримують 15-20 хв. Після цього реакційну масу охолоджують до температури навколишнього середовища.

Осад, що випав, відфільтровують на прес-фільтрі (2-1), промивають водою та сушать. Далі в реактор (1-2) обладнаний сорочкою для підігріву

парою та охолодження водою, якірною мішалкою та конденсатором (6-2) завантажують технічний продукт і оцтову кислоту (5-2).

Суміш нагрівають до повного розчинення осаду, фільтрують (2-2) для вилучення будь-яких домішок, охолоджують до температури навколишнього середовища (3-1). Осад, що випав, фільтрують на прес-фільтрі (2-3) і сушать при температурі 90-100 °С в поличній сушарці (4-1). Після сушки проміжний продукт завантажують у реактор (1-3), обладнаний сорочкою для підігріву парою та охолодження водою, якірною мішалкою та конденсатором (6-3), також завантажують відповідний о-діамін та диметилформамід (5-3). При постійному перемішуванні суміш нагрівають до кипіння та витримують на протязі 17 годин. Після цього сумішоохолоджують, додають воду, залишають на одну годину і фільтрують осад, що випав (2-4), сушать.

натрію оцтовокислого; 3 – завантаження оцтового ангідриду; 4 – завантаження відповідного альдегіду; 5 – реакція утворення проміжного продукту; 6 – фільтрування; 7 – завантаження оцтової кислоти на перекристалізацію; 8 – перекристалізація отриманого продукту; 9 – сушка проміжного продукту; 10 – завантаження проміжного продукту (2-феніл-4-циннамоїліденоксазол-5-ону або бензен-1,4-біс-2-феніл-4-циннамоїліденоксазол-5-ону); 11 – завантаження відповідного о-діаміну (серед яких: о-фенілендіамін, 2,3-діамінопіридин, 3,4-діамінопіридин, 3,5-діаміно-1,2,4-тріазол, 2,3-діамінофеназин, 2,3-діаміно-толуол, 1,8-діамінонафталін); 12 – завантаження диметилформаміду; 13 – конденсації аналогів α,β -ненасичених кетонів з о-діаминами; 14 – фільтрація; 15 – завантаження дихлоретану на перекристалізацію; 16 – перекристалізація отриманого продукту; 17 – сушка кінцевого продукту.

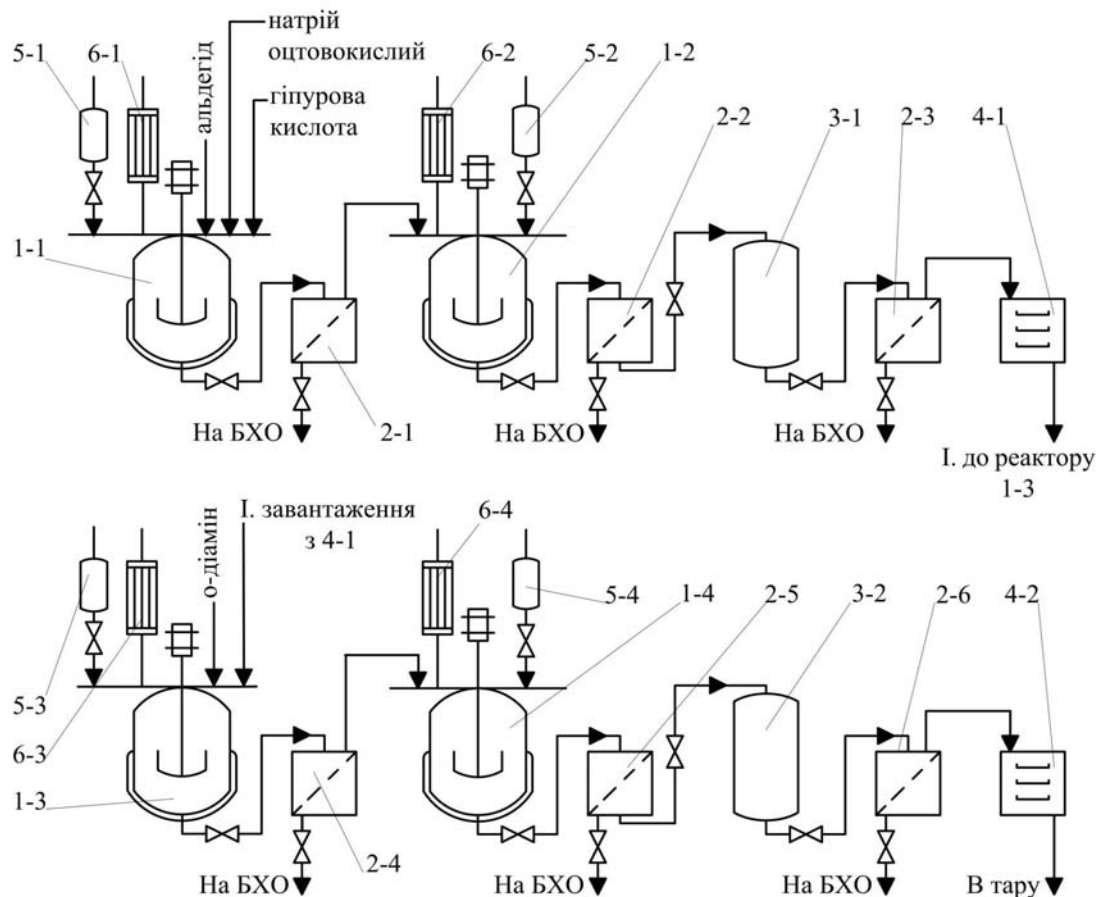


Рис. 5. Принципова схема отримання похідних моно- та бісоксазол-5-ону

Далі в реактор (1-4) обладнаний сорочкою для підігріву паром та охолодження водою, якірною мішалкою та конденсатором (6-4) завантажують продукт реакції, дихлоретан (5-4) та активоване вугілля. Суміш нагрівають, фільтрують (2-5) для вилучення будь-яких домішок, охолоджують (3-2). Осад, що випав фільтрують на прес-фільтрі (2-6) і сушать при температурі 60-70 °С в поличній сушарці (4-2).

В разі необхідності запропонована технологічна схема може бути оптимізована.

Висновки. Синтезовано 14 люмінесцентних барвників для поліефірних матеріалів, похідних моно- і бісоксазол-5-ону. Спроектована принципова схема отримання похідних 2-феніл-4-циннамоїліденоксазол-5-онута біс-2-феніл-4-циннамоїліденоксазол-5-ону.

Список літератури: 1. Петров С.О. Синтез та дослідження люмінофорів, похідних 2-феніл-4-циннамоїліденоксазол-5-ону / С.О. Петров, В.Б. Дістанов, А.Г. Белобров // Вісник Національного технічного університету «ХП» — Харків. — 2011. — №31. — С. 44-53. 2. Красовицкий Б.М. Органические люминофоры / Б.М. Красовицкий, Б.М. Болотин // М.: Химия. — Москва. — 1984. — 336 с. 3. Патент UA 67547 А, дата публікації 15.06.2004. 4. Десенко С.М. Азагетероциклы на основе ароматических непредельных кетонов / С.М. Десенко, В.Д. Орлов // Издательство Харьков: Фолио.— Харьков. — 1998. — 148 с.

Поступило до редколлегии 08.05.2012